

Technique for picking up total alkali of motherwort**Publication number:** CN1519229 (A)**Also published as:****Publication date:** 2004-08-11

CN1239476 (C)

Inventor(s): ZHANG LI [CN]**Applicant(s):** ZHANG LI [CN]**Classification:**

- international: C07C279/02; C07C279/00; (IPC1-7): C07C279/02; A61K35/78

- European:

Application number: CN20031000594 20030120**Priority number(s):** CN20031000594 20030120**Abstract of CN 1519229 (A)**

A process for extracting the common leonurine from motherwort includes such steps as extracting in water, depositing in alcohol, acidifying, chromatography, eluting, and neutralizing.

Data supplied from the esp@cenet database — Worldwide

Abstract of CN1239476C

Process for Extracting Total Alkali of Motherwort

The present invention discloses a process for extracting the total alkali of Motherwort, comprising the steps of subjecting motherwort to extraction in water, deposition in alcohol, acidification and chromatography, eluting with 1%-4% hydrochloric acid or sulfuric acid, then neutralizing with an alkali so as to finally obtain total alkaloid extract of motherwort, wherein the elution amount per hour should be 6-8 times of the column volume, and calcium lime or calcium hydroxide is suitably used for neutralization when the sulfuric acid eluent is used.

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.

C07C 279/02 (2006.01)

A61K 36/533 (2006.01)



[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 03100594.2

[45] 授权公告日 2006 年 2 月 1 日

[11] 授权公告号 CN 1239476C

[22] 申请日 2003.1.20 [21] 申请号 03100594.2

[71] 专利权人 张黎

地址 350002 福建省福州市鼓楼区杨桥新村
35 檐 604 室

[72] 发明人 张黎

审查员 吕青

[74] 专利代理机构 北京太兆天元知识产权代理有限公司

代理人 张韬

权利要求书 3 页 说明书 8 页

[54] 发明名称

益母草总碱的提取工艺

[57] 摘要

本发明公开一种益母草总碱的提取工艺，益母草总碱的提取工艺为益母草在经过水提取、醇沉精制、酸化上柱过程后，用 1%—4% 盐酸洗脱，或用 1%—4% 硫酸洗脱，并需每小时洗脱量应为柱体积的 6—8 倍，加碱中和，而用硫酸洗脱液宜以生石灰或氢氧化钙中和，最后得益母草总生物碱提取物。

1、一种益母草总碱的制备方法，在经过益母草水提取、醇沉精制、酸化上柱过程后其特征在于其纯化工艺为：用 1%—4% 盐酸洗脱，并需每小时洗脱量应为柱体积的 6—8 倍，以氢氧化钠中和；或用 1%—4% 硫酸洗脱并需每小时洗脱量应为柱体积的 6-8 倍，以生石灰或氢氧化钙中和；上柱药液为 pH4—5；离子交换柱子的柱径：柱高 1: 11—15。

2、如权利要求 1 所述益母草总碱的制备方法，其特征在于其中洗脱盐酸为 2%—3% 的盐酸，或洗脱硫酸为 2%—3% 的硫酸。

3、如权利要求 1 所述益母草总碱的制备方法，其特征在于该方法为：取益母草饮片 100—200 重量份，加水煎煮二次，第一次加 12 倍量水，第二次加 9 倍量水，各煎 1.5 小时，合并煎液，过 120 目筛，滤过，滤液浓缩至相对密度约为 60℃，1.08~1.10 的清膏，加入乙醇使含水量醇量为 70%，冷藏静置 24 小时，滤过，取滤液在 60~70℃，-0.08Mpa 下减压回收乙醇，并浓缩至相当于每 1ml 含 2g 重量份生药；用盐酸调 pH 至 4-5，滤过，取滤液加于已处理好的 H 型强酸性阳离子交换树脂柱，湿法装柱，湿树脂重约 50kg，柱径；柱高=1: 11-15，水流出液 pH 3~4，加完药液后，以去离子水继续冲洗，至水洗脱液 pH 6~7，弃去；用 1—4% 盐酸洗脱，并需每小时洗脱量应为柱体积的 6-8 倍或用 1%—4% 硫酸洗脱，并需每小时洗脱量应为柱体积的 6—8 倍；以 10% 硅钨酸试剂检查至沉淀反应阴性为止，收集洗脱液，加碱或生石灰或氢氧化钙调 pH 6~7，滤过，滤液 70~80℃，-0.08Mpa 下减压浓缩，并 70~80℃，-0.08Mpa 下减压干燥；取干燥品加 95% 乙醇回流提取二次使提取生物碱至完全，滤过，滤液 60~70℃，-0.08Mpa 下减压；回收乙醇，并继续减压浓缩至稠膏，将稠膏 60~70℃，-0.08Mpa 下减压干燥，得益母草总生物碱提取物约 0.4—1.8 重量份。

4、如权利要求 3 所述益母草总碱的制备方法，其特征在于该方法为：取益母草饮片 100 重量份，加水煎煮二次，第一次加 12 倍量水，第二次加 9 倍量水，各煎 1.5 小时，合并煎液，过 120 目筛，滤过，滤液浓缩至相对密度约为 60℃，1.08~1.10 的清膏，加入乙醇使含水量醇量为 70%，冷藏静

置 24 小时，滤过，取滤液在 60~70℃，-0.08Mpa 下减压回收乙醇，并浓缩至相当于每 1ml 含 2g 生药；用盐酸调 pH 至 4，滤过，取滤液加于已处理好的 H 型强酸性阳离子交换树脂柱，湿法装柱，湿树脂重约 50kg，柱径：柱高=1：12，水流出液 pH 3~4，加完药液后，以去离子水继续冲洗，至水洗脱液 pH 6~7，弃去；用 3% 盐酸洗脱，并需每小时洗脱量应为柱体积的 7 倍，以 10% 硅钨酸试剂检查至沉淀反应阴性为止，收集洗脱液，加氢氧化钠调 pH 6~7，滤过，滤液 70~80℃，-0.08Mpa 下减压浓缩，至析出大量固体，移入瓷盘中，70~80℃，-0.08Mpa 下减压干燥；取干燥品加 95% 乙醇回流提取二次使提取生物碱至完全，滤过，滤液 60~70℃，-0.08Mpa 下减压回收乙醇，并继续减压浓缩至稠膏，将稠膏 60~70℃，-0.08Mpa 下减压干燥，得益母草总生物碱提取物约 0.5 重量份。

5、如权利要求 3 所述的益母草总碱的制备方法，其特征在于该方法为：取益母草饮片 100 重量份，加水煎煮二次，第一次加 12 倍量水，第二次加 9 倍量水，各煎 1.5 小时，合并煎液，过 120 目筛，滤过，滤液浓缩至相对密度约为 60℃，1.08~1.10 的清膏，加入乙醇使含水量醇量为 70%，冷藏静置 24 小时，滤过，取滤液在 60~70℃，-0.08Mpa 下减压回收乙醇，并浓缩至相当于每 1000ml 含 2 重量份生药；用盐酸调 pH 至 4，滤过，取滤液加于已处理好的 H 型强酸性阳离子交换树脂柱，湿法装柱，湿树脂重约 50kg，柱径：柱高=1：14，水流出液 pH 3~4，加完药液后，以去离子水继续冲洗，至水洗脱液 pH 6~7，弃去；用 3% 盐酸洗脱，并需每小时洗脱量应为柱体积的 7 倍，以 10% 硅钨酸试剂检查至沉淀反应阴性为止，收集洗脱液，加生石灰调 pH 6~7，滤过，洗涤沉淀，滤液 70~80℃，-0.08Mpa 下减压浓缩，并 70~80℃，-0.08Mpa 下减压干燥；取干燥品加 95% 乙醇回流提取二次使提取生物碱至完全，滤过，滤液 60~70℃，-0.08Mpa 下减压回收乙醇，并继续减压浓缩至稠膏，将稠膏 60~70℃，-0.08Mpa 下减压干燥，得益母草总生物碱提取物约 0.8 重量份。

6、如权利要求 3 所述的益母草总碱的制备方法，其特征在于该方法为：取益母草饮片 200 重量份，加水煎煮二次，第一次加 12 倍量水，第二次加 9 倍量水，各煎 1.5 小时，合并煎液，过 120 目筛，滤过，滤液浓缩至相对密

度约为 60℃，1.08~1.10 的清膏，加入乙醇使含水量醇量为 70%，冷藏静置 24 小时，滤过，取滤液在 60~70℃，-0.08Mpa 下减压回收乙醇，并浓缩至相当于每 1ml 含 2 重量份生药；用盐酸调 pH 至 5，滤过，取滤液加于已处理好的 H 型强酸性阳离子交换树脂柱，湿法装柱，湿树脂重约 50kg，柱径：柱高=1：11，水流出液 pH 3~4，加完药液后，以去离子水继续冲洗，至水洗脱液 pH 6~7，弃去；用 2% 盐酸洗脱，并需每小时洗脱量应为柱体积的 8 倍，以 10% 硅钨酸试剂检查至沉淀反应阴性为止，收集洗脱液，加氢氧化钙调 pH 6~7，滤过，洗涤沉淀，滤液 70~80℃，-0.08Mpa 下减压浓缩，并 70~80℃，-0.08Mpa 下减压干燥；取干燥品加 95% 乙醇回流提取二次使提取生物碱至完全，滤过，滤液 60~70℃，-0.08Mpa 下减压回收乙醇，并继续减压浓缩至稠膏，将稠膏 60~70℃，-0.08Mpa 下减压干燥，得益母草总生物碱提取物约 1.1 重量份。

益母草总碱的提取工艺

技术领域:

本发明涉及一种中药的提取工艺，特别是涉及一种益母草总碱的提取工艺。

背景技术:

本发明是在已申请专利（专利号为 02117432.6 的《益母草总碱的提取工艺及其新用途》）的基础上对其中的纯化方法做了进一步的改进。

《益母草总碱的提取工艺及其新用途》的主要技术方法案为：

取益母草饮片，加水煎煮 2—3 次，每次加水 8—14 倍量，合并煎液，过 120 目筛，滤过，滤液浓缩至相对密度为 1.08~1.10(60℃)的清膏，加入乙醇，并浓缩至药液浓度为 1ml 含生药 1—3g，用盐酸调 pH 至 2~3，滤过，取滤液加于酸性阳离子交换树脂柱上，加完药液后，以去离子水继续冲洗，至水洗脱液 pH6~7，弃去；再用 5%~25% 酸或者 5%~28% 的氨水洗脱，以 10% 硅钨酸试剂检查至沉淀反应阴性为止，收析出大量固体，移入容器中，呈中性的药液常规干燥；取干燥品用乙醇提取生物碱至完全，滤过，滤液减压回收乙醇，并继续减压浓缩至稠膏，将稠膏减压干燥，得益母草总生物碱提取物。

《益母草总碱的提取工艺及其新用途》的已申请专利，其纯化方法中采用 10%HCL 洗脱离子交换柱上的生物碱，虽然有一定优点（由于酸浓度高，故所需洗脱液用量较少，洗胶较快），但存在明显的缺点：酸浓度过高导致一对操作人员有刺激，主要是需要用大量的碱中和过量的酸而生成大量的 NaCl，给后续提纯总生物带来麻烦。

为解决上述问题，本发明对离子交换柱的洗脱工艺做了进一步的优先改进。

技术内容:

本发明目的在于提供一种益母草总碱的提取工艺。

本发明目的是通过如下技术方案实现的：

取益母草饮水提取、醇沉精制、酸化上柱过程后，益母草总碱的提取工

艺的纯化方法为：用 1%—4% 盐酸洗脱，以 2%—3% 为佳，并需每小时洗脱量应为柱体积的 6—8 倍；或用 1%—4% 硫酸洗脱，并以 2%—3% 硫酸洗脱为佳，并需每小时洗脱量应为柱体积的 6—8 倍。其盐酸洗脱液可用氢氧化钠等碱中和，而硫酸洗脱液宜以生石灰或氢氧化钙中和为佳。上柱药液为 pH4—5 为佳。离子交换柱的柱径：柱高=1：11—15。

本发明具体技术方案如下：

取益母草饮片 100—200 重量份，加水煎煮二次，第一次加 12 倍量水，第二次加 9 倍量水，各煎 1.5 小时，合并煎液，过 120 目筛，滤过，滤液浓缩至相对密度约为 1.08~1.10(60℃)的清膏，加入乙醇使含水量醇量为 70%，冷藏静置 24 小时，滤过，取滤液在 60~70℃，-0.08Mpa 下减压回收乙醇，并浓缩至相当于每 1ml 含 2g 重量份生药；用盐酸调 PH 至 4~5，滤过，取滤液加于已处理好的 H 型强酸性阳离子交换树脂柱，湿法装柱，湿树脂重约 50kg，柱径；柱高=1：11—15，水流出液 pH3~4，加完药液后，以去离子水继续冲洗，至水洗脱液 pH6~7，弃去；用 1—4% 盐酸洗脱，并需每小时洗脱量应为柱体积的 6—8 倍或用 1%—4% 硫酸洗脱，并需每小时洗脱量应为柱体积的 6—8 倍；以 10% 硅钨酸试剂检查至沉淀反应阴性为止，收集洗脱液，加碱或生石灰或氢氧化钙调 pH6~7，滤过，滤液 70~80℃，-0.08Mpa 下减压浓缩，并 70~80℃，-0.08Mpa 下减压干燥；取干燥品加 95% 乙醇回流提取二次使提取生物碱至完全，滤过，滤液 60~70℃，-0.08Mpa 下减压；回收乙醇，并继续减压浓缩至稠膏，将稠膏 60~70℃，-0.08Mpa 下减压干燥，得益母草总生物碱提取物约 0.4—1.8 重量份。

本发明优选方案如下：

取益母草饮片 100 重量份，加水煎煮二次，第一次加 12 倍量水，第二次加 9 倍量水，各煎 1.5 小时，合并煎液，过 120 目筛，滤过，滤液浓缩至相对密度约为 1.08~1.10(60℃)的清膏，加入乙醇使含水量醇量为 70%，冷藏静置 24 小时，滤过，取滤液在 60~70℃，-0.08Mpa 下减压回收乙醇，并浓缩至相当于每 1ml 含 2g 生药；用盐酸调 PH 至 4，滤过，取滤液加于已处理好的 H 型强酸性阳离子交换树脂柱，湿法装柱，湿树脂重约 50kg，柱径；柱高=1：12，水流出液 pH3~4，加完药液后，以去离子水继续冲洗，至水洗脱

液 pH 6~7, 弃去; 用 3% 盐酸洗脱, 并需每小时洗脱量应为柱体积的 7 倍, 以 10% 硅钨酸试剂检查至沉淀反应阴性为止, 收集洗脱液, 加氢氧化钠调 pH 6~7, 滤过, 滤液 70~80℃, -0.08Mpa 下减压浓缩, 至析出大量固体, 移入瓷盘中, 70~80℃, -0.08Mpa 下减压干燥; 取干燥品加 95% 乙醇回流提取二次使提取生物碱至完全, 滤过, 滤液 60~70℃, -0.08Mpa 下减压回收乙醇, 并继续减压浓缩至稠膏, 将稠膏 60~70℃, -0.08Mpa 下减压干燥, 得益母草总生物碱提取物约 0.5 重量份。

本发明优选方案如下:

取益母草饮片 100 重量份, 加水煎煮二次, 第一次加 12 倍量水, 第二次加 9 倍量水, 各煎 1.5 小时, 合并煎液, 过 120 目筛, 滤过, 滤液浓缩至相对密度约为 1.08~1.10(60℃) 的清膏, 加入乙醇使含水量醇量为 70%, 冷藏静置 24 小时, 滤过, 取滤液在 60~70℃, -0.08Mpa 下减压回收乙醇, 并浓缩至相当于每 1000ml 含 2 重量份生药; 用盐酸调 PH 至 4, 滤过, 取滤液加于已处理好的 H 型强酸性阳离子交换树脂柱, 湿法装柱, 湿树脂重约 50kg, 柱径: 柱高=1: 14, 水流出液 pH 3~4, 加完药液后, 以去离子水继续冲洗, 至水洗脱液 pH 6~7, 弃去; 用 3% 盐酸洗脱, 并需每小时洗脱量应为柱体积的 7 倍, 以 10% 硅钨酸试剂检查至沉淀反应阴性为止, 收集洗脱液, 加生石灰调 pH 6~7, 滤过, 洗涤沉淀, 滤液 70~80℃, -0.08Mpa 下减压浓缩, 并 70~80℃, -0.08Mpa 下减压干燥; 取干燥品加 95% 乙醇回流提取二次使提取生物碱至完全, 滤过, 滤液 60~70℃, -0.08Mpa 下减压回收乙醇, 并继续减压浓缩至稠膏, 将稠膏 60~70℃, -0.08Mpa 下减压干燥, 得益母草总生物碱提取物约 0.8 重量份。

本发明优选方案如下:

取益母草饮片 200 重量份, 加水煎煮二次, 第一次加 12 倍量水, 第二次加 9 倍量水, 各煎 1.5 小时, 合并煎液, 过 120 目筛, 滤过, 滤液浓缩至相对密度约为 1.08~1.10(60℃) 的清膏, 加入乙醇使含水量醇量为 70%, 冷藏静置 24 小时, 滤过, 取滤液在 60~70℃, -0.08Mpa 下减压回收乙醇, 并浓缩至相当于每 1ml 含 2 重量份生药; 用盐酸调 PH 至 5, 滤过, 取滤液加于已处理好的 H 型强酸性阳离子交换树脂柱, 湿法装柱, 湿树脂重约 50kg, 柱径:

柱高=1: 11, 水流出液 pH3~4, 加完药液后, 以去离子水继续冲洗, 至水洗脱液 pH6~7, 弃去; 用 2% 盐酸洗脱, 并需每小时洗脱量应为柱体积的 8 倍, 以 10% 硅钨酸试剂检查至沉淀反应阴性为止, 收集洗脱液, 加氢氧化钙调 pH6~7, 滤过, 洗涤沉淀, 滤液 70~80℃, -0.08Mpa 下减压浓缩, 并 70~80℃, -0.08Mpa 下减压干燥; 取干燥品加 95% 乙醇回流提取二次使提取生物碱至完全, 滤过, 滤液 60~70℃, -0.08Mpa 下减压回收乙醇, 并继续减压浓缩至稠膏, 将稠膏 60~70℃, -0.08Mpa 下减压干燥, 得益母草总生物碱提取物约 1.1 重量份。

本发明使提取工艺成本下降, 更加易于操作, 使其更适合工业大生产。

本实验例的实验条件采用申请号 02117432.6 的《益母草总碱的提取工艺及其新用途》的已申请专利中的工艺条件。

实验例 1: 盐酸洗脱浓度优选

将已交换于阳离子交换柱上 (浓度为第 1ml 药液: 2g 生药材的药液 100ml, 湿树脂重 100g, 柱径: 柱高的总生物碱分别采用不同浓度盐酸进行洗脱 (以 10% 硅钨酸作检查, 洗脱液浓缩后以薄层色谱鉴别生物碱), 结果如下

盐酸浓度	洗脱体积
10%	300ml
5%	510ml
2%	960ml
0.5%	2000ml 以上

结果表明: 0.5% 盐酸洗脱能力差, 洗脱液生物碱反应弱, 即使用 2000ml 仍不能将生物碱洗脱完全。而 2% 盐酸洗脱较好, 易于操作, 酸浓度较低, 使加氢氧化钠中和生成的 NaCl 较少, 后续纯化总碱很易进行, 更适合工业大生产。(原工艺采用的 10% 盐酸洗脱, 由于酸浓度高刺激性较大给操作带来麻烦, 且需加更大量的碱中和, 使生成大量的 NaCl 给后续纯化带来不便)

实验例 2: 洗脱速度

洗脱速度对洗脱效果有明显影响, 原工艺未作详细研究, 因此须以高浓度盐酸洗脱, 通过实验优选, 加快洗脱速度, 就可用较低浓度盐酸达到洗脱

目的，即用 2% 盐酸洗脱需每小时洗脱量应为柱体积的 6—8 倍。将已交换于阳离子交换柱上(浓度为每 1ml 药液: 2g 生药材的药液 100ml, 湿树脂重 100g, 柱径: 柱高 = 1: 12) 以 2% 盐酸采用不同洗脱速度进行工艺优选，结果见下表

洗脱速度 (每小时洗脱量应为柱体积的倍数)	洗脱体积
3—4	2000ml 以上仍未达终点，生物碱颜色反应弱
6—8	900ml, 洗脱完全
10—12	1500—1800

结果表明，可能是洗脱速度慢(3—4 倍)，局部可供交换的 H⁺ 浓度低而不能有效地将生物碱洗脱，洗脱效果差；而洗脱速度过快(10—12 倍)，可能是离子交换的时间不充分，使洗脱体积增大了近一倍，也给后续工艺带来麻烦。因此采用适宜洗脱速度，既省时又可将生物碱洗脱完全，同时洗脱体积适宜，即可用较少量的碱中和，后续工艺简便易行。

实验例 3：硫酸洗脱工艺的优选

将已交换于阳离子交换柱上(1ml: 2g 药液 100ml, 湿树脂重 100g, 柱径: 柱高 = 1: 10) 的总生物碱分别采用不同浓度硫酸进行洗脱，结果如下

硫酸浓度	洗脱体积
12%	320ml
5%	500ml
2%	1060ml
0.5%	2000ml 以上

由于硫酸的刺激性比盐酸强，因此原工艺 12% 硫酸洗脱未作详细研究，通过按上述要求控制洗脱速度，实验发现低浓度的 2% 硫酸仍可与 2% 盐酸有同样洗脱能力。其硫酸洗脱液加生石灰或氢氧化钙中和至 pH 约为 7，生成不溶性的硫酸钙，滤过，洗涤沉淀，洗涤液与滤液合并，浓缩干燥即得总生物碱。由于益母草总碱是水溶性的，该工艺中和得到的是不溶性的硫酸钙，经滤过而除去，而使纯化工艺更简便。

总之，二种酸洗工艺均经济易行，硫酸洗脱工艺比盐酸洗脱工艺更简便易行，适于提取纯化益母草总生物碱，用于口服、直肠、阴道等给药途径；

但可能带入微量 Ca^{2+} 离子，作为注射给药不宜，注射给药可采用盐酸洗脱工艺。

实施例 1：

取益母草饮片 100kg，加水煎煮二次，第一次加 12 倍量水，第二次加 9 倍量水，各煎 1.5 小时，合并煎液，过 120 目筛，滤过，滤液浓缩至相对密度约为 1.08~1.10(60℃)的清膏，加入乙醇使含醇量为 70%，冷藏静置 24 小时，滤过，取滤液在 60~70℃, -0.08Mpa 下减压回收乙醇，并浓缩至相当于每 1ml 含 2g 生药。

用盐酸调 pH 至 4，滤过，取滤液加于已处理好的 H 型强酸性阳离子交换树脂柱，湿法装柱，湿树脂重约 50kg，柱径：柱高=1:12，水流出液 pH3~4，加完药液后，以去离子水继续冲洗，至水洗脱液 pH6~7，弃去；用 3% 盐酸洗脱，并需每小时洗脱量应为柱体积的 7 倍；以 10% 硅钨酸试剂检查至沉淀反应阴性为止，收集洗脱液，加氢氧化钠调 pH6~7，滤过，滤液 70~80℃，-0.08Mpa 下减压浓缩，至析出大量固体，移入瓷盘中，70~80℃，-0.08Mpa 下减压干燥。取干燥品加 95% 乙醇回流提取二次使提取生物碱至完全，滤过，滤液 60~70℃，-0.08Mpa 下减压回收乙醇，并继续减压浓缩至稠膏，将稠膏 60~70℃，-0.08Mpa 下减压干燥，得益母草总生物碱提取物约 500g。

实施例 2：

取益母草饮片 200kg，加水煎煮二次，第一次加 12 倍量水，第二次加 9 倍量水，各煎 1.5 小时，合并煎液，过 120 目筛，滤过，滤液浓缩至相对密度约为 1.08~1.10(60℃)的清膏，加入乙醇使含醇量为 70%，冷藏静置 24 小时，滤过，取滤液在 60~70℃, -0.08Mpa 下减压回收乙醇，并浓缩至相当于每 1ml 含 2g 生药。

用盐酸调 pH 至 4，滤过，取滤液加于已处理好的 H 型强酸性阳离子交换树脂柱，湿法装柱，湿树脂重约 50kg，柱径：柱高=1:14，水流出液 pH3~4，加完药液后，以去离子水继续冲洗，至水洗脱液 pH6~7，弃去；用 3% 硫酸洗脱，并需每小时洗脱量应为柱体积的 7 倍；以 10% 硅钨酸试剂检查至沉淀反应阴性为止，收集洗脱液，加生石灰调 pH6~7，滤过，洗涤沉淀，滤液

70~80℃, -0.08Mpa 下减压浓缩，并 70~80℃, -0.08Mpa 下减压干燥。取干燥品加 95% 乙醇回流提取二次使提取生物碱至完全，滤过，滤液 60~70℃, -0.08Mpa 下减压回收乙醇，并继续减压浓缩至稠膏，将稠膏 60~70℃, -0.08Mpa 下减压干燥，得益母草总生物碱提取物约 1000g。

实施例 3:

取益母草饮片 200kg, 加水煎煮二次，第一次加 12 倍量水，第二次加 9 倍量水，各煎 1.5 小时，合并煎液，过 120 目筛，滤过，滤液浓缩至相对密度约为 1.08~1.10(60℃) 的清膏，加入乙醇使含醇量为 70%，冷藏静置 24 小时，滤过，取滤液在 60~70℃, -0.08Mpa 下减压回收乙醇，并浓缩至相当于每 1ml 含 2g 生药。

用硫酸调 pH 至 5，滤过，取滤液加于已处理好的 H 型强酸性阳离子交换树脂柱，湿法装柱，湿树脂重约 50kg，柱径：柱高=1: 11，水流出液 pH3~4，加完药液后，以去离子水继续冲洗，至水洗脱液 pH6~7，弃去；用 2% 硫酸洗脱，并需每小时洗脱量应为柱体积的 8 倍；，以 10% 硅钨酸试剂检查至沉淀反应阴性为止，收集洗脱液，加氢氧化钙调 pH6~7，滤过，洗涤沉淀，滤液 70~80℃, -0.08Mpa 下减压浓缩，移入瓷盘中，70~80℃, -0.08pa 下减压干燥。取干燥品加 95% 乙醇回流提取二次使提取生物碱至完全，滤过，滤液 60~70℃, -0.08Mpa 下减压回收乙醇，并继续减压浓缩至稠膏，将稠膏 60~70℃, -0.08Mpa 下减压干燥，得益母草总生物碱提取物约 1000g。

实施例 4:

取益母草药材 50kg 置 3M³ 多功能提取罐中，加入 12 倍量水，开蒸汽加热，保持微沸 1.5h，滤过，经 120 目滤网管道过滤器注入贮罐中；另再加入 9 倍量水，保持微沸 1.5h，滤过，滤液备用；将上述煎液浓缩至相对密度 d=1.09，将浓缩液置醇沉罐中冷却，边加乙醇边搅拌，至含醇量达 70%，冷藏 24h，虹吸上清液，沉淀离心，并用 70% 乙醇洗涤，合并液注入 1 M³ 球形罐内 60~70℃, -0.08Mpa 下减压回收乙醇，水液继续浓缩至每 1ml 含 3g 生药，将浓缩液加盐酸调 pH 约 4，搅匀，用纸浆板过滤，酸化滤液备用；Na 型阳离子交换树脂(济宁抗生素厂产品)25kg，7% 盐酸浸泡 1 小时，去离

子水漂洗至近中性，加 8% 氢氧化钠漂洗 1 小时，去离子水漂洗至近中性，加 3 倍量 7% 盐酸浸泡 3h，去离子水漂洗至 pH3；装柱：柱径 20cm，柱高 260cm，加入已处理好的湿树脂；将酸化滤液连续加于柱上端，柱下口流出液以 10% 硅钨酸试剂检查至阴性，以去离子水洗至 pH6~7，弃去；用 2% 盐酸洗脱，并需每小时洗脱量应为柱体积的 8 倍；，以 10% 硅钨酸试剂检至沉淀反应变为阴性为止；将酸洗脱液加固体氢氧化钙中和至 pH6~7，搅匀，用纸浆板过滤，滤液浓缩干燥：将滤液置球形罐中 70~80℃，-0.08Mpa 下浓缩，至析出大量结晶，移至瓷盘中 60~70℃，-0.8Mpa 下真空干燥，将干燥物粉碎成细粉加 95% 乙醇超声洗脱 2 次，至以 10% 硅钨酸试剂检查阴性，减压回收乙醇，过滤，滤液减压浓缩再真空干燥，得总生物碱约 350g。